

Document made available under the Patent Cooperation Treaty (PCT)

International application number: PCT/KR05/000964

International filing date: 01 April 2005 (01.04.2005)

Document type: Certified copy of priority document

Document details: Country/Office: KR
Number: 10-2004-0068246
Filing date: 28 August 2004 (28.08.2004)

Date of receipt at the International Bureau: 30 June 2005 (30.06.2005)

Remark: Priority document submitted or transmitted to the International Bureau in compliance with Rule 17.1(a) or (b)



World Intellectual Property Organization (WIPO) - Geneva, Switzerland
Organisation Mondiale de la Propriété Intellectuelle (OMPI) - Genève, Suisse



별첨 사본은 아래 출원의 원본과 동일함을 증명함.

This is to certify that the following application annexed hereto
is a true copy from the records of the Korean Intellectual
Property Office

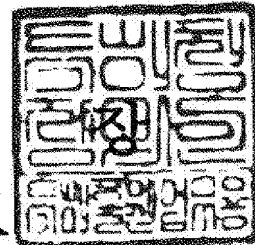
출 원 번 호 : 특허출원 2004년 제 0068246 호
Application Number 10-2004-0068246

출 원 일 자 : 2004년 08월 28일
Date of Application AUG 28, 2004

출 원 인 : 한국기초과학지원연구원 외 1 명
Applicant(s) KOREA BASIC SCIENCE INSTITUTE, et al

2005 년 06 월 09 일

특 허 청
COMMISSIONER



【서지사항】

【서류명】	특허출원서
【권리구분】	특허
【수신처】	특허청장
【제출일자】	2004.08.28
【발명의 국문명칭】	상자성을 갖는 금 또는 은 분말
【발명의 영문명칭】	Gold or silver particles with paramagnetism
【출원인】	
【명칭】	(주)엔피씨
【출원인코드】	1-2002-005502-5
【대리인】	
【성명】	권오식
【대리인코드】	9-2003-000620-6
【포괄위임등록번호】	2004-060118-9
【대리인】	
【성명】	박창희
【대리인코드】	9-2004-000063-0
【포괄위임등록번호】	2004-060119-6
【발명자】	
【성명의 국문표기】	김영남
【성명의 영문표기】	KIM, Young-Nam
【주민등록번호】	600606-1029821
【우편번호】	305-762
【주소】	대전광역시 유성구 전민동 엑스포아파트 503-502
【국적】	KR
【심사청구】	청구

【취지】 특허법 제42조의 규정에 의한 출원, 특허법 제60조의 규정에 의한 출원심사를 청구합니다. 대리인

권오식 (인) 대리인

박창희 (인)

【수수료】

【기본출원료】 0 면 38,000 원

【가산출원료】 44 면 0 원

【우선권주장료】 0 건 0 원

【심사청구료】 22 항 813,000 원

【합계】 851,000 원

【감면사유】 소기업(70%감면)

【감면후 수수료】 255,300 원

【첨부서류】 1. 소기업임을 증명하는 서류_1통

【요약서】

【요약】

본 발명은 상자성을 갖는 것을 특징으로 하는 금 또는 은 분말에 관한 것이다. 상세하게는 금 또는 은 분말은 외부의 자기장과 반대방향의 자성을 띠는 반자성 물질로 알려져 있으나, 본 발명의 금 또는 은 분말은 모든 온도 영역에서 외부의 자기장과 동일한 방향 즉 양의 자화율을 갖는 것을 특징으로 하며, 본 발명에 따른 상자성의 금 또는 은 분말은 외부 자기장 H 가 2000 내지 8000 Oe에서 포화 자기모멘트를 갖는 것을 특징으로 하며, 절대온도 20K일 때 외부 자기장 H 가 1000 Oe 이상에서 자화율 곡선의 기울기 dM/dH 가 양인 것을 특징으로 한다. 또한, 본 발명에 따른 상자성의 금 또는 은 분말은 극히 작은 보자력을 보이며, 표면 산화층이 존재하지 않으며, 상온에서 안정하고 응집성이 없고 고분산성을 갖는 특징이 있다.

【대표도】

도 6

【색인어】

상자성, 금, 은, 실버, 골드, 자화율, 보자력, 고분산성

【명세서】

【발명의 명칭】

상자성을 갖는 금 또는 은 분말{Gold or silver particles with paramagnetism}

【도면의 간단한 설명】

- <1> 도 1. 반자성을 갖는 종래의 은 분말의 자기장 의존 특성 그래프.
- <2> 도 2. 반자성을 갖는 종래의 금 분말의 자기장 의존 특성 그래프.
- <3> 도 3. 반자성을 갖는 종래의 은 분말의 SEM 사진.
- <4> 도 4. 본 발명에 따른 상자성을 갖는 은 분말의 TEM 사진(Ag White type, 1-40 μ m).
- <5> 도 5. 본 발명에 따른 상자성을 갖는 은 분말의 TEM 사진(Ag Gray type, 50nm-3 μ m).
- <6> 도 6. 본 발명에 따른 상자성을 갖는 은 분말의 TEM 사진(Ag Black type, 1-50nm).
- <7> 도 7. 본 발명에 따른 상자성을 갖는 은 분말의 TEM 사진(Ag Hallow type, 1-500 μ m).
- <8> 도 8. 본 발명에 따른 상자성을 갖는 금 분말의 TEM 사진(Au Black type, 1-20nm).
- <9> 도 9. 본 발명에 따른 상자성을 갖는 금 또는 은 분말의 제조장치의 개략도.

- <10> 도 10. 실시예 1에서 제조된 상자성의 은 분말의 자기장 의존 특성 그래프.
- <11> 도 11. 실시예 2에서 제조된 상자성의 은 분말의 자기장 의존 특성 그래프.
- <12> 도 12. 실시예 3에서 제조된 상자성의 은 분말의 자기장 의존 특성 그래프.
- <13> 도 13. 실시예 4에서 제조된 상자성의 은 분말의 자기장 의존 특성 그래프.
- <14> 도 14. 반자성의 종래의 은 분말의 온도 의존 특성 그래프.
- <15> 도 15. 실시예 1에서 제조된 상자성의 은 분말의 온도 의존 특성 그래프.
- <16> 도 16. 실시예 2에서 제조된 상자성의 은 분말의 온도 의존 특성 그래프.
- <17> 도 17. 실시예 3에서 제조된 상자성의 은 분말의 온도 의존 특성 그래프.
- <18> 도 18. 실시예 4에서 제조된 상자성의 은 분말의 온도 의존 특성 그래프.
- <19> 도 19. 실시예 5에서 제조된 상자성의 금 분말의 자기장 의존 특성 그래프.
- <20> 도 20. 반자성의 종래의 금 분말의 온도 의존 특성 그래프.
- <21> 도 21. 실시예 5에서 제조된 상자성의 금 분말의 온도 의존 특성 그래프.
- <22> -도면의 주요부분에 대한 부호의 설명-
- <23> 1 - 13.56MHz 10kW급 RF 전원 시스템
- <24> 2 - 하이브리드(Hybrid) 제어형 정합시스템
- <25> 3 - 유도결합플라즈마(Inductive Coupled Plasma) 토치
- <26> 4 - 플라즈마 반응관 시스템
- <27> 5 - 반응 가스 조절 시스템

- <28> 6 - 원료 물질 주입 시스템
- <29> 7 - 진공 배기 시스템
- <30> 8 - 분말 포집 시스템
- <31> 9 - 저전도수 냉각 시스템
- <32> 10 - 액체 질소 열 교환 시스템

【발명의 상세한 설명】

【발명의 목적】

【발명이 속하는 기술분야 및 그 분야의 종래기술】

<33> 나노 분말에 대한 연구는 1940년대부터 러시아에서 시작하여 서유럽, 미국, 일본 등에서 발전하였으며, 금속 및 세라믹분야에서 나노분말에 관한 연구가 본격화된 것이 80년대 후반이후이다. 나노 분말에 관한 연구는 일차적으로 입자크기의 미세화에 따른 순도/성형/혼합/치밀화 등의 이점을 활용하기 위하여 여러 입자미세화 공정이 개발되었으며, 나노크기의 입자가 되면 여러 특이한 성질을 나타낸다는 것이 보고 되기 시작하였다.

<34> 입자의 나노 크기화에 의해서 나타나는 효과는 비표면적 증대에 따른 열전달, 흡수, 흡착, 촉매특성 등의 표면효과, 다결정체의 단결정화, 결정의 결합양식 변화에 의한 새로운 상의 출현과 융점저하, 광/음파/전자파 등의 흡수 및 산란 효

과, 물질의 전자상태 변화 등의 체적효과, 전기 및 열전달, 유동성, 혼합성, 압축성 및 고상반응성 등의 입자간 상호작용 효과 등으로 구분할 수 있다. 이와 같은 효과들 때문에 입자특성은 기존 μm 단위입자와는 많이 다르다. 따라서 이들 특성을 파악하고 이를 응용하여 새로운 응용분야를 개발하는 것이 필요하다.

<35> 나노분말이 금속인가 세라믹인가에 따라서 응용분야가 달라지는데 나노분말은 전자·통신, 분자단위에서 설계된 고기능성·고효율 소재의 재료로 응용이 가능한 물론, 인체에 적합한 약물 전달체계와 선택성 신의약 분야로까지 응용이 가능한 것으로 발표되었으며, 생명과학분야에서는 하이브리드 시스템의 합성피부, 유전자 분석 및 조작, 혈액 대체물질 개발이 가능해지고 인체에 부작용이 없는 장기와 피부까지 만들 수 있게 된 것으로 나타났다. 또한 환경 분야에서는 눈에 보이지 않는 분진, 미세먼지 등의 제거로 오염물을 감소시킬 수 있을 뿐 아니라 재활용 소재를 활용할 수 있게 되었다. 이밖에도 나노분말은 대체에너지 개발과 우주항공분야에까지 광범위하게 응용할 수 있다.

<36> 나노분말의 새로운 특성은 입자미세화에 따른 비표면적의 증가와 입자내의 전/자기적성질의 변화에 의해서 나타난다. 구상 입자의 경우 원자반경을 d 라 하고 입자반경을 r 이라 하면 표면원자의 수는 r^2/d^2 에 비례하고, 내부원자의 수는 r^3/d^3 에 비례하게 되므로 전체 원자수에 대한 표면원자의 비율은 d/r 에 비례하게 된다.

입자의 반경, 즉 크기가 작아질수록 표면원자의 수는 상대적으로 증가한다. 이에 따라 나노입자의 크기가 작아질수록 그 특성은 표면성질이 지배하게 된다. 입경이 $1\mu\text{m}$ 일 때 비표면적이 약 $1\text{m}^2/\text{cc}$ 가 되고, 입경이 $0.01\mu\text{m}(100\text{\AA})$ 일 경우 비표면적이 약 $100\text{m}^2/\text{cc}$ 이 된다. 이것을 표면의 원자수와 전체원자수의 비율로 환산하면 원자의 직경을 2\AA 이라 가정할 때 $1\mu\text{m}$ 입자에서는 2×10^{-4} , $0.01\mu\text{m}$ 입자에서는 2×10^{-2} 가 된다. 즉 표 1의 금속입자크기에 따른 전체 원자수 및 표면 원자의 비율에서 알 수 있듯이 입자크기가 나노화 될수록 표면에 있는 원자의 비율이 급격하게 증가한다.

<37> [표 1]

<39> 따라서 앞서 언급한바와 같이 입자의 크기가 작아질수록 비표면적 증대에 따라 체적특성은 감소하고 표면특성이 두드러지게 나타날 뿐만 아니라, 새로운 전기/자기적, 광학적 성질이 나타나기도 할 것이기 때문에 이를 응용한 신산업의 수요가 촉발될 것으로 기대된다.

<40> 예를 들어 기존의 알루미늄나 구조체보다 2배 이상 높은 강도와 인성을 갖는

재료를 나노금속의 기지상내에 분포시킴으로써 얻을 수 있으며, 나노입자가 갖은 큰 비표면적 효과를 이용한 촉매 및 센서재료는 기존의 성능을 크게 향상시키는 것으로 알려져 있다. 또한 화합물반도체입자의 크기가 1 내지 10nm크기를 가지면 새로운 발광특성이 나타난다. 자성재료의 경우 나노입자화하면 초상자성을 나타내기도 한다.

<41> 나노분말의 제조시 필요한 기능들이 많이 있는데, 대표적으로 고려되는 부분은 (1) 분산성, (2) 표면 안정성, (3) 크기 및 분포 조절, (4) 환경친화적인 공정, (5) 결정구조 조절, (6) 상업성 등이 있으며, 이러한 특성들과 더불어 근본적으로 고려되어야만 하는 것이 같은 크기의 동일한 분말이라도 어떤 조건에서 제조하느냐에 따라 전혀 서로 다른 분말의 성질을 갖게 되는 것이다.

<42> 나노분말의 일반적인 제조방법은 기계적 파쇄법, 물리적인 방법, 화학적인 방법 등으로 분류할 수 있으며, 나노입자들은 입자의 고유한 특성 즉 입자크기소형화 및 비표면적 증가에 따라 여러 가지 제조상의 어려움이 있다. 물리적인 방법으로는 기상의 경우 RF 플라즈마 반응로를 이용하는 방법, 증발·응축법(IGC, Inert Gas Condensation)을 들 수 있으며, 고상의 경우 기계적 milling법 또는 급랭응고법이 활용되며, 화학적 방법으로는 액상의 경우 침전법, 분무법, 수열법, Sol-Gel 법 등이 있으며, 기상의 경우 CVC(IGC+CVD)법이 대표된다.

<43> 일반적으로 액체를 이용한 제조법은 기상을 이용한 제조법보다 입자크기가

균일한 분말을 생산할 수 있고, 고순도 분말을 제조할 수 있는 장점을 가지고 있지만 입자의 응집을 방지하기가 어려우며, 입자형상이 다소 불규칙하고 2차 공정을 다시 거쳐야 한다는 단점이 있으므로 이것을 방지하는 기술이 개발되어야 한다. 또한 고상법 중 기계적 분쇄법은 제조공정에서 불순물의 혼입을 방지하기 어려우며, 응집화 현상이 심한 반면 여러 성분을 동시에 나노입자화할 수 있으므로 복합성분의 나노분말을 제조할 수 있는 장점이 있으나 그 분말크기의 분포도가 원료분말 크기에서 나노 크기의 분말이 한 곳에 존재한다는 점과 그 분급을 위한 비용이 나노 분말 합성비용보다 더 많이 든다는 단점이 있다. 한편 기상반응을 통한 제조법은 입자크기의 균일성이 좋고 고순도의 입자를 제조할 수 있을 뿐만 아니라, 입자의 응집을 방지할 수 있어 장래 산업화를 위한 유망한 나노분말 제조법으로 각광을 받고 있지만 대량 생산이나 불활성 가스의 재처리 문제 등이 있다.

<44>

한편 본 발명자들은 이러한 기존에 기상법이 가지고 있던 문제점을 모두 해결하고 기타 제조법에서 볼 수 없었던 자동 분급 기술이나 나노급속 분말의 자동 안정화 장치 등이 모두 한 자동라인 시스템 내에서 이루어졌다는 점과 기존의 어떤 제조 방법보다도 에너지 효율이나 생산 수율에서 비교되지 않을 정도의 경제성을 갖춘 나노분말을 제조하는 장치를 발명하여 국제공개특허공보 03/97521호 국제공개특허공보 03/70626호로 공개한 바 있다.

<45>

물질들의 자성특성은 강자성체, 약자성체 및 반자성체로 나눌 수 있으며, 약

자성체는 반강자성체와 상자성체로 구별된다. 상자성체의 경우 대부분의 원자나 이온에서는 스핀과 궤도 운동을 포함한 전자의 자기적 효과는 정확히 서로 상쇄되어 원자나 이온은 자기적 성질을 나타내지 않는다. 이는 네온 같은 불활성기체나 구리를 구성하는 구리이온 등에 나타난다. 그러나 어떤 원자나 이온에서는 전자의 자기적 효과가 완전히 상쇄되지 않아서 원자 전체는 자기 쌍극자 모멘트를 갖게 된다.

<46>

각각 자기 쌍극자 모멘트를 갖는 n 개의 원자를 자기장 내에 놓으면 이들 원자 쌍극자는 자기장 방향으로 나란히 정렬하려 한다. 이러한 경향을 상자성이라 한다. 완전히 모두 한쪽 방향으로 정렬한다면 전체적 쌍극자 모멘트는 $n\mu$ 가 될 것이다. 그러나 정렬과정은 열운동에 의하여 방해받는다. 원자의 막힌 잡이 진동으로 원자 간의 충돌이 일어나고 운동에너지가 전달되어 이미 정렬된 상태가 파괴된다. 열운동의 중요성은 두 종류의 에너지를 비교함으로써 알 수 있다. 그 중 한 가지는 온도 T 에서 원자가 갖는 평균 병진 운동에너지 $(3/2)kT$ 이다. 다른 한 가지는 자기 쌍극자 자기장의 방향에 평행, 반평행인 두 상태에서의 에너지차 $2\mu B$ 이다. 그런데, 통상의 온도나 자기장에서 전자가 후자보다 상당히 크다. 그러므로 원자의 열운동은 쌍극자가 정렬하는 것을 방해하는 역할을 한다. 외부자기장에서 비록 자기모멘트가 생기지만 최대 가능한 $n\mu$ 에는 훨씬 못 미친다. 어떤 물질이 자화된 정도를 표시하기 위하여 단위부피당 자기모멘트를 생각할 수 있다. 이것을 자기화 M 이라고 한다.

<47>

반자성체로 불리는 물질은 고유의 자기쌍극자를 가지고 있지 않고 상자성이

없지만 외부자기장에 의해 자기 모멘트가 유도될 수 있다. 이러한 물질의 시료를 불균일하고 강한 자기장 근처에 놓으면 자기력이 작용한다. 그러나 전기적인 경우와는 대조적으로 자석의 극쪽으로 끌리지 않고 밀쳐진다. 전기와 자기의 이러한 차이점은 유도된 전기 쌍극자는 외부전기장과 같은 방향이지만 유도된 자기쌍극자는 외부 자기장과 반대방향이기 때문이다. 반자성은 Faraday의 유도법칙이 원자 내의 전자에 적용되는 것이며 고전적으로 볼 때 전자의 운동은 아주 작은 전류 고리이다. 유도된 자기모멘트가 자기장의 방향과 반대인 것은 원자규모에서 본 Lenz 법칙의 결과라 할 수 있다.

<48> 반자성은 모든 원자가 가지고 있는 성질이다. 그러나 원자가 고유의 자기쌍극자 모멘트를 가지고 있으면 반자성 효과는 이보다 강한 상자성이나 강자성으로 가려진다.

<49> 한편 금과 은은 대표적인 반자성물질, 즉 금 또는 은 분말은 외부의 자기장과 반대방향의 자성을 띠는 특성을 보이며, 금 분말 또는 은 분말의 크기가 나노화되어도 이러한 반자성의 자기적 특성이 변하지 않는 것으로 알려져 있으며, 입자사이의 고응집성으로 인하여 분산상도 불량하여 응용분야 역시 한계가 있어, 단지 금 나노분말과 은 나노분말은 본래의 금과 은 특성으로부터 기인한 응용분야로서 금 나노분말은 나노골드비누, 스포츠로션, 화장품, 음용수, 반도체 발광소자, 약물전달체 등으로 쓰이고 있고, 은 나노분말은 화장품, 섬유, 도료, 플라스틱 등의 바이오 제품, 항균/살균/방오 재료로 응용되고 있을 뿐이다.

<50> 이는 종래의 방법에 의하여 제조된 금 또는 은 분말이 나노화 크기를 갖는다 하여도 체적특성이 감소함에도 불구하고 도 1에서 보는 바와 같이 그 나노분말의 표면이 산화층으로 쌓여 있어 표면에서의 특이특성이 나타나지 못하는 것에서 기인하는 것으로 보인다.

【발명이 이루고자 하는 기술적 과제】

<51> 따라서 본 발명의 목적은 종래의 금 또는 은 분말이 반자성을 띠는 것에 대하여 모든 온도 영역에서 외부의 자기장과 동일한 방향 즉 양의 자화율을 갖는 상자성의 금 또는 은 분말을 제공하는 것이며, 발명에 따른 상자성의 금 또는 은 분말은 극히 작은 보자력을 보이고, 또한 표면 산화층이 존재하지 않고, 상온에서 안정하며, 응집성이 없고 고분산성을 갖는 고순도의 금 또는 은 분말을 제공하는 것이다. 본 발명의 또 다른 목적은 본 발명에 따른 상자성의 금 또는 은 분말을 효율적으로 제조하는 방법을 제공하는 것이다.

【발명의 구성】

<52> 본 발명은 상자성을 갖는 것을 특징으로 하는 금 또는 은 분말에 관한 것이다.

<53> 상세하게는 본 발명에 따른 금 또는 은 분말은 외부 자기장 내에서 자기장과 반대방향의 자성을 띠는 반자성 물질로 알려진 종래의 금 또는 은 분말과는 달리

모든 온도 영역에서 외부의 자기장과 동일한 방향 즉 양의 자화율을 갖는 상자성의 금 또는 은 분말인 것을 특징으로 하며, 본 발명에 따른 상자성의 금 또는 은 분말은 외부 자기장 H 가 2000 내지 8000 Oe에서 포화 자기모멘트를 갖는 것을 특징으로 한다.

<54> 또한 본 발명에 따른 상자성의 금 또는 은 분말은 절대온도 20 K 일때 외부 자기장 H 가 1000 Oe 이상에서 자화율 곡선의 기울기 dM/dH 가 양인 것을 특징으로 한다. 또한, 본 발명에 따른 상자성의 금 또는 은 분말은 극히 작은 보자력을 보이며, 표면 산화층이 존재하지 않고, 상온에서 안정하고 응집성이 없고 고분산성을 갖는 특징이 있다.

<55> 이하 본 발명에 따른 상자성을 갖는 금 또는 은 분말을 상세히 설명한다.

<56> 종래의 금 또는 은 분말은 외부에서 자기장을 걸어 줄때 자기장과 반대방향의 자성을 띠는 대표적인 반자성 물질로서 금 분말 또는 은 분말의 크기가 나노화되어도 이러한 반자성의 자기적 특성이 변하지 않는 것으로 알려져 있으며, 입자사이의 고응집성으로 인하여 분산상도 불량하여 응용분야 역시 한계가 있다.

<57> 도 1에서 보는 바와 같이 종래의 은 분말은 낮은 자기장에서 외부 자기장이 증가함에 따라 자화율(Mass Magnetization: M)이 증가한다. 시료의 온도가 20 K인 경우 2000 Oe에서 최고값을 가지고 $H > 2000$ Oe인 경우 자화율은 자기장이 증가함에 따라 감소하는 특성을 보임을 알 수 있다($dM/dH < 0$). 4000 Oe 부근에서 자화율은 “0”의 값을 가지고 외부자기장 $H > 4000$ Oe이면 음의 값을 가진다. 종래의 은 분말의 자기장 의존성은 시료의 온도가 100 K 과 300 K일 때도 유사한 형태의 거동을 보인다

다. 또한 100 K와 300 K의 경우 낮은 자기장에서 자화율이 자기장이 증가함에 커지는 현상은 상당히 약화되고 높은 자기장 영역에서 자기장과 함께 자화율 값이 감소하는 현상이 두드러져 보인다. 즉 $H > 2000$ Oe 이상의 높은 자기장 영역에서는 자기장 변화에 따른 자화율이 온도가 증가됨에 따라 커지고 있다.

<58> 종래의 금 분말은 도 2에서 보는 바와 같이 낮은 자기장 ($H < 1000$ Oe)에서는 자화율이 자기장이 증가함에 따라 급속히 커지는 경향을 보이나, $H > 1000$ Oe 이상의 높은 자기장 영역에서는 자화율 곡선의 기울기는 음의 값($dM/dH < 0$)을 갖는 특성을 보인다. 이러한 측정결과들은 종래의 금과 은 분말이 반자성 물질임을 보여주는 것이다.

<59> 이에 비하여 본 발명에 따른 금 또는 은 분말은 모든 온도 영역에서 외부의 자기장과 동일한 방향 즉 양의 자화율을 갖는 상자성의 자기특성을 갖는다.

<60> 본 발명에 따른 상자성을 갖는 금 또는 은 분말은 분말의 크기가 특별히 한정되지 않으나, 통상 상자성의 특성은 분말의 크기가 $40\mu\text{m}$ 이하의 범위에서 나타나며, 분말의 크기에 따라 자화율 곡선의 기울기가 달리 나타나서 그 크기가 작을수록 상자성의 특징이 현저하게 나타나고, 분말 내부가 채워지지 않은 중공구조의 금 또는 은 입자 또한 상자성의 특성을 나타내며, 본 발명에 따른 금 또는 은 분말들은 분말의 온도에 따라 자화율 곡선이 다르게 나타나나 상온 이하의 모든 온도 범위에서 상자성 특징이 나타난다. 또한 본 발명에 따른 은 또는 금 분말은 보자력이 상온 이하의 범위에서 5 가우스 이하의 특성을 보이는데, 특히 상온에서는 2 가우스 이하의 극히 작은 보자력을 갖는다.

<61> 본 발명에 따른 은 분말의 크기가 $20\mu\text{m}$ 이하인 경우 절대온도 100K 이하에서 초상자성 특성이 나타나며, 또한 자화율 곡선의 기울기 dM/dH 가 양인 특성을 보이며, 특히 절대온도 20 K에서 자화율 곡선의 기울기 dM/dH 가 $3 \times 10^{-7} \text{ emu/g} \cdot \text{Oe}$ 이상을 나타낸다.

<62> 또한, 종래의 은 분말은 절대온도 20K에서 4000 Oe 이하, 절대온도 100K, 외부자기장 2000 Oe 이하에서 극히 적은 양의 자화율을 갖는 것에 비하여 본 발명에 따른 은 분말의 경우 외부자기장이 낮은 영역에서 20000 Oe의 높은 영역까지 상자성 특성이 나타나며, 특정한 자기장 즉, 포화자기장 까지 자화율이 급속히 증가한 후 포화자기장 이상의 자기장 영역에서는 약한 자기장 의존성을 보이며, 외부 자기장 H가 2000 내지 8000 Oe에서 포화 자기모멘트를 갖는 특징이 있다.

<63> 종래의 금 분말은 H가 2000 Oe 이하에서 자화율 곡선의 기울기 dM/dH 가 양의 특성을 보이나, 본 발명에 따른 상자성을 갖는 금 분말은 상온 이하 온도 범위에서 외부 자기장 모든 범위에서 자화율 곡선의 기울기 dM/dH 가 양의 특성을 보이며, 종래의 금 분말에 비하여 10 내지 100 배 정도 큰 자화율 특성을 보이며, 특히 금 분말의 크기가 $1 \mu\text{m}$ 이하인 경우 외부 자기장 H가 10000 Oe일때 절대온도 20 K에서 자화율 곡선의 기울기 dM/dH 가 4×10^{-6} 이상의 특성을 보인다.

<64> 또한, 도 3의 반자성을 갖는 종래의 은 분말의 SEM 사진에서 알 수 있는 바와 같이, 종래의 은 분말에서는 대부분의 경우 표면산화층이 관찰되나, 본 발명에 따른 상자성의 금 또는 은 분말은 도 4 내지 도 8의 TEM 사진에서 알 수 있는 바와

같이, 표면 산화층이 존재하지 않으며, 상온에서 안정하고 응집성이 없고 고분산성을 갖는 특징이 있다.

<65> 이하 본 발명에 따른 상자성을 갖는 금 또는 은 분말의 제조방법에 대하여 설명한다.

<66> 본 발명에 따른 상자성을 갖는 금 또는 은 분말은 앞서 언급한 바와 있는 국 제공개특허공보 03/97521호 국제공개특허공보 03/70626호에 개시된 장치를 이용하였 으며, 도 9에 본 발명에 따른 상자성을 갖는 금 또는 은 분말의 제조장치의 개략 도를 도시하였다.

<67> 본 발명에 따른 상자성의 금 또는 은 분말은

<68> i) 13.56 MHz, 5 내지 50 kW의 RF 전원 증폭기를 사용하여 진공 반응관 내에 서 유도결합 플라즈마 토치를 이용하여 절대온도 4000 내지 200000 K의 아르곤 플 라즈마를 발생시키는 단계;

<69> ii) 발생된 아르곤 플라즈마와 반자성 특성을 갖는 금 또는 은 분말을 반응 시켜 금 또는 은 금속 플라즈마를 생성시키는 단계;

<70> iii) 생성된 금 또는 은 금속 플라즈마 가스를 플라즈마 반응로 하단에 구비 된 나노 분말 포집 장치 내에서 진공 조건에서 상온 이하로 급냉하여 상자성을 갖 는 금 또는 은 분말을 제조하는 단계;

<71> 을 포함하는 것을 특징으로 한다.

<72> 본 발명에 따른 고 순도 상자성의 금 또는 은 분말의 제조를 위한 장치는

<73> (1) 13.56MHz 10kW급 RF 전원 시스템

<74> (2) 하이브리드(Hybrid) 제어형 정합시스템

<75> (3) 유도결합플라즈마(Inductive Coupled Plasma) 토치

<76> (4) 플라즈마 반응관 시스템

<77> (5) 반응 가스 조절 시스템

<78> (6) 원료 물질 주입 시스템

<79> (7) 진공 배기 시스템

<80> (8) 분말 포집 시스템

<81> (9) 저전도수 냉각 시스템

<82> (10) 액체 질소 열 교환 시스템

<83> 으로 구성된다.

<84> RF전원 시스템(1)은 5m 정도의 RF 전송선(transmission line)을 통하여 하이브리드(Hybrid) 제어형 정합시스템(2)의 RF 정합 회로와 연결되어 있으며, 정합회로는 구리재질로 된 두께 0.5mm, 폭 20mm, 길이 최대 400mm의 리본형 판으로 유도결합플라즈마 토치(3)의 헬리칼형 안테나와 기계적으로 연결되어 있으며, 상기 안테나는 전기적으로 1종 접지되어 있다. 헬리칼형 안테나는 저전도수 냉각 시스템

(9)의 저전도 냉각수로 냉각되어야 한다.

<85> 유도결합플라즈마(Inductive Coupled Plasma) 토치(3), 플라즈마 반응관 시스템(4), 원료 물질 주입 시스템(6), 분말 포집 시스템(8)은 모두 (7)의 진공배기 시스템과 일체를 이루어 10^{-5} torr의 진공을 유지 하도록 바이톤 오링 실이 구비되며, 특히 (3)과 (4), (3)과 (6)사이에는 RF가 연결돼 (3), (4), (6), (8)의 벽을 통해 접지로 단락되지 않게 하기 위해 10mm이상의 테플론 디스크를 이용하여 플라즈마가 직접 보이지 않도록 하고, 또한 열전달에 의해 오염기체가 나오지 않도록 하기 위하여 냉각이 고려되어 설치되어 있다. (3), (4), (6), (8) 모두 수직으로 설치되어야 하는데 이는 원료 분말의 이송을 플라즈마의 질에 영향을 최대한 주지 않게 하기위해 이송 가스를 사용하지 않는 자유 낙하 형의 주입방법을 사용하기 때문이다.

<86> 원료 물질 주입 시스템(6)은 반응 가스 조절 시스템(5)과 연결되어 있으며 물론 진공계와 연결되어 있으며, (5)의 반응가스 버퍼 탱크와 반응가스 유량조절시스템과 연결되어 있다.

<87> 플라즈마 반응관 시스템(4)의 반응관 시스템은 금속 플라즈마를 가두어 두는 역할을 하고 있으며, 물질에 따라 스테인레스 스틸이나 유리재질로 사용한다. 또한 금속 플라즈마의 온도 조절을 위하여 플라즈마 반응관 시스템(4)의 내, 외부에 수동 RF유도 소자(안테나)를 설치하게 되는데, 수동소자(안테나)의 설치 위치나 소자간 간극은 합성 분말의 입도와 성상에 따라 조절된다. 이 반응관의 밑 부분에 합성

분말의 입도 제어를 위하여 최종 액체 질소 열 교환 시스템(10)이 진공 내부에 설치된다. 냉각 온도는 물질과 물질의 입도에 따라 물, 저온 질소, 액체질소를 사용할 수 있도록 구비되며, 액체 질소를 사용하기 위해 냉각 시 수축을 고려한 진공 결합으로 연결되어 있다.

<88> 액체 질소 열 교환 시스템(10) 다음에 분말 포집 시스템(8)의 분말 포집 장치가 부착되어 있는데 이는 분말 포집 챔버와 금속 포집 필터로 구성되어 있다. 경우에 따라서는 금속 포집 필터도 액체 질소로 냉각되게 되어 있으며, 필터는 재사용 가능하게 되어 있다. 금속필터는 제조 분말의 종류에 따라 스테인레스 재질로 된 100~2300 메시까지 선택적으로 또는 겹층으로 제작하여 사용한다. 포집장치의 하단은 진공 배 기계와 직각으로 연결되어 구성되어 있다.

<89> 일반적으로는 유도결합플라즈마(Inductive coupled plasma)토치를 사용하여 40,000K 내지 200,000K정도, 바람직하게는 40,000K 내지 60,000K의 플라즈마를 발생시키며, 이때 사용되는 RF 전원증폭기는 13.56MHz 10kW(~50kW)급을 사용하며 10^{-3} torr의 진공조건에서 플라즈마를 발생하고 반응가스인 아르곤을 주입량을 증가시켜 실제 반응에 적합한 온도와 밀도에 도달할 때에는 진공도가 1torr정도가 되도록 한다. RF 전원증폭기는 단일형(single type) 또는 이중형(double type) 모두 사용 가능하며, 단일형일때는 출력이 7kW 이상이 바람직하고 이중형일때는 각각이 5kW 이상이 바람직하며, 합성효율 및 물질 특성의 제어 면에서 플라즈마 반응기의 상하로 배치된 이중 중첩 형이나 다층 중첩 형이 바람직하다. 이는 사용되는 원료 분말의

크기에 따라 완전히 금속 플라즈마가 되는데 걸리는 플라즈마와 반응하는 시간에 따라 다르고 반응관 내부에서 각 부위에 따라 축 집중 플라즈마(centered plasma) 혹은 변두리 중심 플라즈마(Hollow plasma)가 필요하게 되는데 이는 수동 RF 인가 소자를 유가와형, 사다리형 또는 헬리칼 안테나 등을 사용하여 플라즈마의 구성을 조절한다.

<90> 발생된 플라즈마와 크기가 약 1 내지 50 μm 인 합성하려는 금 또는 은 원료 물질과 반응시켜 상기 원료 물질을 완전히 원자 또는 금속 플라즈마 가스 상태로 만든 후 진공 내에서 급격한 열 교환을 통해서 입자의 크기 및 형상을 제어하게 된다. 일반적인 경우에 입자의 크기가 100nm 이하로 유지하기 위해서는 500msec이내에 금 또는 은이 가지고 있는 열량을 교환해야 하며 입자의 크기가 작을수록 열 교환 시간은 짧아져야 한다. 물질에 따라 진공 내에서 입자의 형상을 조절하기 위해서는 열 교환 시간의 순차적 조절이 필요한데 이는 진공 반응관 내부에 수동 RF 안테나를 Array 형태로 간극을 조절함으로써 다양한 형태의 분말을 합성할 수 있다.

<91> 특히 플라즈마가 형상화된 반응 불꽃의 길이, 금 또는 은 플라즈마 가스의 급냉 시간 또는 급냉 온도 등의 변수들을 적절히 조절하여 소망하는 분말의 크기를 수득할 수 있다.

<92> 이하 실시예에 의해 본 발명을 보다 상세히 설명하나 이는 발명의 구성 및 효과를 이해시키기 위한 것 일뿐, 본 발명의 범위를 제한 하고자 하는 것은 아니다.

<93> 은 원료 분말은 순도 98% 이상의 구형 성상이고, 크기가 1 내지 50 μm 이며, 아토마이징 및 액상환원법 또는 기계적 밀링법에 의하여 제조한 것을 사용하였으며, 금 원료 분말은 순도 98% 이상의 구형 및 박편 성상이고, 크기가 20 내지 100 μm 이며, 아토마이징 및 액상환원법 또는 기계적 밀링법에 의하여 제조된 것을 사용하였다.

<94> [제조예 1]

<95> 유도결합플라즈마(Inductive coupled plasma)토치를 사용하여 RF 전원증폭기 13.56MHz 10kW급(RF 전원증폭기는 단일형의 경우 7kW 이상의 것을 사용하거나 이중형은 각각 하나의 증폭기 당 5kW 이상의 것을 사용하였다.) RF 전원인가 소자는 헬리칼형을 사용하여 10^{-3} torr의 진공조건에서 38,000K 내지 45,000K($T_{\text{max}} = 84,000\text{K}$)의 아르곤 플라즈마를 발생시킨다. 반응가스인 아르곤(순도 99.999%)을 주입량을 증가시켜 실제 반응에 적합한 온도인 30,000K이상, 아르곤 플라즈마 밀도 $4 \times 10^{11} / \text{cm}^3$ 이상에 도달할 때에는 진공도가 1 torr정도가 되도록 한다. 발생된 플라즈마가 형상화된 반응 불꽃의 길이는 600 내지 700 mm가되도록 하여 은 원료 분말과 반응시켜 원료 분말이 완전히 원자 또는 금속 플라즈마 가스 상태가 된 후 진공조건에서 물을 냉매로 하여 20 내지 30 $^{\circ}\text{C}$ 의 온도범위에서 냉각시간을 2 내지 5초의 범위로 하여 급격한 열 교환에 의하여 냉각시켜 분말의 크기가 1 내지 40 μm 인 구형 형상의 상자성의 흰색 은 분말(Ag White type)을 수득하였다. 수득된 흰색 은 분말의 TEM 사진인 도 4에서 알 수 있듯이 은 분말의 표면에 산화층이 존재하지

않는다. 또한 표면은 매우 치밀한 나노 크기의 구조로 형성되어 있다.

<96> [제조예 2]

<97> 플라즈마가 형상화된 반응 불꽃의 길이를 300 내지 400mm으로 조절하며, 금속플라즈마 가스 상태가 된 후 진공 조건에서 액체질소를 냉매로 하여 -50 내지 -100℃의 범위에서 0.5 내지 1초 냉각한 것 이외에는 제조예 1의 제조조건과 동일하게 진행하여 분말의 크기가 50nm 내지 3 μ m인 구형 형상의 상자성의 회색 은 분말(Ag Gray type)을 수득하였다. 수득된 회색 은 분말의 TEM 사진인 도 5에서 알 수 있듯이 은 분말의 표면에 산화층이 존재하지 않고 있다.

<98> [제조예 3]

<99> 반응관 내부에 사다리형 안테나의 수동 RF인가 소자 2개를 사용하며, 플라즈마가 형상화된 반응 불꽃의 길이를 250 내지 300mm으로 조절하며, 금속플라즈마 가스 상태가 된 후 진공 조건에서 냉매로서 액체질소를 상용하여 -100 이하의 냉각온도에서 0.1 내지 0.3초의 시간 내에 냉각한 것 이외에는 제조예 1의 제조조건과 동일하게 진행하여 분말의 크기가 1 내지 50nm인 구형 형상의 상자성의 검은색 은 분말(Ag Black type)을 수득하였다. 수득된 검은색 은 분말의 TEM 사진인 도 6에서 알 수 있듯이 은 분말의 표면에 산화층이 존재하지 않으며, 분말들 사이의 응집 현상을 볼 수 없고, 증류수 및 에탄올, 메탄올 등에 잘 분산 된다.

<100> [제조예 4]

<101> 반응관 외부에 유가와형 안테나의 수동 RF인가 소자 4개를 사용하여 플라즈마가 형상화된 반응 불꽃의 길이를 1200 내지 1500mm으로 조절하며, 금속플라즈마 가스 상태가 된 후 은 원료 분말 대신에 1차로 제조한 1 내지 50nm(실시에 3에서 수득한 것)을 원료분말로 사용하였으며, 물을 냉매로 사용하여 20 내지 30℃의 냉각온도 범위에서 2 내지 5초 냉각시간을 한 것 이외에는 제조예 1의 제조조건과 동일하게 진행하여 분말의 크기가 1 내지 500 μ m인 상자성의 중공형은 분말(Ag Hollow type)을 수득하였다. 수득된 구체 은 분말의 TEM 사진인 도 7에서 알 수 있듯이 은 분말의 표면에 산화층이 존재하지 않고 각 은 개별 입자들로 구체 표면이 구성되고 구체의 내부에 채워지지 않은 중공형임을 알 수 있다.

<102> [제조예 5]

<103> 분말 원료를 순도 98% 이상의 구형 및 박편 성상이고, 크기가 20 내지 100 μ m인 금 원료 분말을 사용하였으며, 반응가스로 순도 99.999%의 아르곤 가스를 사용하였고, 플라즈마 온도 40,000K 내지 60,000K($T_{max} = 84,000K$), RF 인가 전력을 단일형(Single Type)은 8kW 이상을 사용하거나, 또는 이중형(Double Type)은 상하 각각 6kW 이상을 인가하여 사용하였으며, 플라즈마가 형상화된 반응 불꽃의 길이를 20 내지 30 mm로 하였고, 열 교환 공정 변수로서 냉매로 액체질소를 사용하여

냉각온도 -100°C 이하에서 0.1 내지 0.3초의 시간 범위에서 냉각하여 분말의 크기가 1 내지 20nm인 구형의 상자성의 검은색 금 분말(Au Black type)을 수득하였다. 수득된 금 분말의 TEM 사진인 도 8에서 알 수 있듯이 금 분말의 표면에 산화층이 존재하지 않고, 상온에서도 분말 사이에 응집하지 않는다. 증류수 및 에탄올 등에 잘 분산 된다.

[실시예 1]

실시예 1 내지 실시예 4로부터 제조된 상자성의 은 분말과 종래의 반자성 은 분말(원료 은 분말)의 자기적 특성을 비교 분석하기 위하여 자성측정장치(Magnetic Property Measurement System MPMS-XL, Quantum Design)를 이용하여 자화율을 온도와 자기장을 변화시키면서 측정하였다.

자기장 의존성 실험은 절대온도 20 K, 100 K 및 300 K에서 수행하였으며, 온도 의존성 실험은 외부 자기장 $H = 10,000 \text{ Oe}$ 인 조건에서 수행하였다.

분말에서 나오는 자기모멘트(magnetic moment)만을 추출하기 위하여 분말의 측정값에서 각 분말의 반자성 캡슐(diamagnetic capsule)의 자기모멘트를 뺀 값으로 데이터를 수득하였다.

도 1에서 알 수 있는 바와 같이 원료 은 분말은 낮은 자기장에서 외부 자기장이 증가함에 따라 자화율(Mass Magnetization: M)이 증가하며, 시료의 온도가 절

대온도 20 K인 경우 2000 Oe에서 최고값을 가지고 $H > 2000$ Oe인 경우 자화율은 자기장이 증가함에 따라 감소하는 특성을 보인다($dM/dH < 0$). 4000 Oe 부근에서 자화율은 “0”의 값을 가지고 외부자기장 $H > 4000$ Oe이면 음의 값을 가지며, 자기장의존성은 시료의 온도가 100 K 과 300 K일 때도 유사한 형태의 거동을 보인다.

<109>

100 K와 300 K의 경우 낮은 자기장에서 자화율이 자기장이 증가함에 커지는 현상은 상당히 약화되고 높은 자기장 영역에서 자기장과 함께 자화율 값이 감소하는 현상이 두드러져 보인다. 즉 $H > 2000$ Oe이상의 높은 자기장 영역에서는 자기장 변화에 따른 자화율의 변화율이 온도가 증가됨에 따라 크며, 외부자기장을 증가시키면서 측정된 자화율 값과 감소시키면서 측정한 결과와 동일하며, 자기 이력특성은 관찰되지 않았다.

<110>

원료 은 분말은 낮은 자기장 영역($H < 2000$ Oe)을 제외한 자기장영역에서 외부 자기장이 증가함에 따라 자화율이 감소하는 반자성의 특성을 보이고 있으며, $H > 4000$ Oe인 높은 자기장 영역에서는 자화율이 음의 값을 갖는 것에 비해 제조예 1 내지 제조예 3에서 제조한 Ag White type, Ag Grey type, Ag Black type 3가지의 분말 모두는 도 9 내지 도 11에서 알 수 있는 바와 같이 특정한 자기장(포화자기장)까지 자화율이 급속히 증가 한 후, 포화자기장 이상의 자기장 영역에서는 약한 자기장 의존성을 보이고 있다.

<111>

즉 절대온도 20 K에서는 포화자기장 이상의 높은 자기장 영역에서는 자화율 곡선의 기울기가 은 원료물질의 경우 “0” 보다 작은 음의 크기($dM/dH < 0$)를 보이고 있다. 반면 Ag White type의 경우는 자화율 값과 비교 할 때 거의 자기장 의존성을

보이지 않고 Ag Grey type와 Ag Black type의 “0” 보다 큰 양의 크기($dM/dH > 0$)를 가진다.

<112> Ag Hallow type 역시 낮은 자기장에서는 자기장이 증가함에 따라 자화율이 급속히 커지는 경향을 보이며, $H=4000$ Oe정도 포화 자기장 이상의 높은 자기장에서 는 자기장이 증가하면 자화율이 약간 감소하는 경향을 보인다.

<113> 또한 도 10 내지 도 13과 도 19에서 나타난 바와 같이 자기장이 상승할 때와 자기장이 감소할 때의 자기특성을 살펴보면 5 Gauss 이하의 극히 작은 보자력을 보이고 있으며, 일부의 경우 2 Gauss 이하로 거의 보자력이 존재하지 않음을 알 수 있다. 이는 본 발명에 따른 금 또는 은 분말은 외부 자기장이 인가되고 자기장이 제거되었을 때 자력손실 없이 원상태로 돌아감을 의미하며, 이는 본 발명에 따른 상자성 물질들이 반도체 소자에 응용할 수 있음을 의미한다.

<114> 제조예 1 내지 제조예 3의 각 분말의 포화 자기장 값과 최대 자화율의 크기를 표 2에 나타내었으며, 포화 자기장 이상의 영역에서의 자화율 곡선의 선형적인 부분의 기울기를 표 3에 나타내었다.

<115> [표 2]

<117> [표 3]

<119> 온도의존성 실험 결과들은 도 15 내지 도18에서 알 수 있는 바와 같이 앞서 언급한 자기장 의존성 결과와 동일한 의미를 보이고 있다. 즉 1 Tesla의 외부자기장이 걸린 상태에서는 자화율의 절대치가 온도가 상승함에 따라 감소하는 형태를 보이며, 원료 은 분말의 자화율만이 전 온도 구간에서 음의 크기를 가진다. Ag Hallow type을 포함한 Ag White type, Ag Grey type , Ag Black type 분말들은 “0” 보다 작은 자화율을 가지는 Capsule 효과를 제거하면 모든 온도 구간에서 양의 크기의 자화율을 가진다.

<120>

[실시예 2]

<121>

제조예 5에서 제조한 본 발명에 따른 상자성의 금 분말과 종래의 반자성 금 분말(원료 금 분말)의 자기적 특성을 실시예 1의 조건과 동일하게 하여 비교 분석하였다.

<122>

도 4와 도 19에서 보는 바와 같이 금 원료물질과 제조예 5에서 제조한 본 발명에 따른 금 분말 모두 낮은 자기장 ($H < 1000$ Oe)에서는 자화율이 자기장이 증가함에 따라 급속히 커지는 경향을 보이나, $H > 1000$ Oe 이상의 높은 자기장 영역에서는 금 원료물질의 자화율 곡선의 기울기는 음의 값($dM/dH < 0$)을 가지는 반면 Au Black type의 경우 양의 기울기($dM/dH > 0$)를 가진다. 실시예 5의 Au Black type은 원료 금 분말에 비해 자기장의 크기에 따라 약 10배에서 100배 정도 큰 자화율 값을 가진다. 표 4에 금 원료물질과 Au Black type과 자화율 곡선의 선형부분의 기울기를 나타냈다.

<123>

[표 4]

<125>

자기장 $H < 10000$ Oe 에서의 온도 의존성 분석을 위한 측정결과 도 19와 도 20에서 알 수 있는 바와 같이 종래의 금 분말은 “0” 보다 작은 자화율을 가지는 캡슐 효과를 제거하면 모든 온도 구간에서 양의 크기의 자화율을 가짐을 알 수 있으

며, 이와 같은 온도의존성 실험 결과들은 위에서 기술한 자기장 의존성 결과와 동일한 의미를 지닌다. 즉, 1 Tesla의 외부자기장이 걸린 상태에서는 자화율이 온도가 상승함에 따라 감소하는 형태를 보이며, Au Black type은 종래의 금 원료 분말에 비해 1 Tesla 크기의 외부자기장이 걸린 상태에서 전 온도 구간에서 약 100배 정도 큰 자화율 값을 가짐을 알 수 있다.

【발명의 효과】

<126>

본 발명에 따른 상자성의 금 또는 은 분말은 종래의 금 또는 은 분말이 반자성을 띠는 것에 비하여 극히 작은 보자력을 보이고, 또한 표면 산화층이 존재하지 않아도 상온에서 안정하며, 응집성이 없고 고분산성을 갖는 고순도의 금 또는 은 분말로서 각종 소재분야에 사용할 수 있는 장점이 있다.

【특허청구범위】

【청구항 1】

상자성을 갖는 금 또는 은 분말.

【청구항 2】

제 1항에 있어서,

분말의 크기가 $40\mu\text{m}$ 이하인 것을 특징으로 하는 금 또는 은 분말.

【청구항 3】

제 1항에 있어서,

절대온도 20K 이상에서 상자성을 갖는 특징으로 하는 금 또는 은 분말.

【청구항 4】

제 3항에 있어서,

절대온도 100K 이상에서 상자성을 갖는 것을 특징으로 하는 은 분말.

【청구항 5】

제 4항에 있어서,

상온에서 상자성을 갖는 것을 특징으로 하는 금 또는 은 분말.

【청구항 6】

제 1항에 있어서,

외부 자기장 H 가 2000 Oe 이상에서 상자성을 갖는 것을 특징으로 하는 은 분말.

【청구항 7】

제 6항에 있어서,

외부 자기장 H 가 4000 Oe 이상에서 상자성을 갖는 것을 특징으로 하는 은 분말.

【청구항 8】

제 1항에 있어서,

외부 자기장 H 가 2000 내지 8000 Oe에서 포화 자기모멘트를 갖는 것을 특징으로 하는 금 또는 은 분말.

【청구항 9】

제 1항에 있어서,

절대온도 100K 이하에서 초상자성을 갖는 것을 특징으로 하는 금 또는 은 분말.

【청구항 10】

제 9항에 있어서,

분말의 크기가 $3\mu\text{m}$ 이하의 인 것을 특징으로 하는 은 분말.

【청구항 11】

제 9항에 있어서,

분말의 크기가 20nm 이하의 인 것을 특징으로 하는 금 분말.

【청구항 12】

제 1항에 있어서,

절대온도 100 K 이하에서 자화율 곡선의 기울기 dM/dH 가 양인 것을 특징으로 하는 양의 자화율을 갖는 은 분말.

【청구항 13】

제 11항에 있어서,

절대온도 20 K에서 자화율 곡선의 기울기 dM/dH 가 $3 \times 10^{-7} \text{ emu/g} \cdot \text{Oe}$ 이상인 것을 특징으로 하는 양의 자화율을 갖는 은 분말.

【청구항 14】

제 1항에 있어서,
외부 자기장 H 가 2000 Oe 이상에서 양의 자화율을 갖는 것을 특징으로 하는 은 분말.

【청구항 15】

제 14항에 있어서,
외부 자기장 H 가 4000 Oe 이상에서 양의 자화율을 갖는 은 분말.

【청구항 16】

제 1항에 있어서,
외부 자기장 H 가 1000 Oe 이상에서 자화율 곡선의 기울기 dM/dH 가 양인 것을 특징으로 하는 양의 자화율을 갖는 금 분말.

【청구항 17】

제 16항에 있어서,

외부 자기장 H 가 10000 Oe, 절대온도 20 K에서 자화율 곡선의 기울기 dM/dH 가 4×10^{-6} 이상인 것을 특징으로 하는 양의 자화율을 갖는 금 분말.

【청구항 18】

제 1항에 있어서,

5 Gauss 이하의 보자력을 갖는 금 또는 은 분말.

【청구항 19】

제 18항에 있어서,

2 Gauss 이하의 보자력을 갖는 금 또는 은 분말.

【청구항 20】

i) 13.56 MHz, 5 내지 50 kW의 RF 전원 증폭기를 사용하여 진공 반응관 내에서 유도결합 플라즈마 토치를 이용하여 절대온도 4000 내지 200000 K의 플라즈마를 발생시키는 단계;

ii) 발생된 플라즈마와 반자성 특성을 갖는 금 또는 은 분말을 반응시켜 금

또는 은 플라즈마 가스를 생성시키는 단계;

iii) 생성된 금 또는 은 플라즈마 가스를 플라즈마 반응로 하단에 구비된 나노분발 포집 장치 내에서 진공 조건에서 상온 이하로 급냉하여 상자성을 갖는 금 또는 은 분말을 제조하는 단계;

을 포함하는 것을 특징으로 하는 상자성을 갖는 금 또는 은 분말의 제조방법.

【청구항 21】

제 20항에 있어서,

RF 인가 전력이 단일형은 7kW 이상이고 이중형은 각각 5kW 이상인 것을 특징으로 하는 상자성을 갖는 금 또는 은 분말의 제조방법.

【청구항 22】

제 20항에 있어서,

플라즈마가 형상화된 반응 불꽃의 길이, 플라즈마 가스의 급냉 시간 또는 급냉 온도로부터 선택된 조건을 조절하여 상자성을 갖는 금 또는 은 분말의 크기를 제어하는 것을 특징으로 하는 상자성을 갖는 금 또는 은 분말의 제조방법.

【도면】

【도 1】

【도 2】

【도 3】

【도 4】

【도 5】

【도 6】

【도 7】

【도 8】

【도 9】

【도 10】

【도 11】

【도 12】

【도 13】

【도 14】

【도 15】

【도 16】

【도 17】

【도 18】

【도 19】

【도 20】

【도 21】